



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **2000001765 A**(43) Date of publication of application: **07.01.00**

(51) Int. Cl.

C23C 8/22(21) Application number: **11104855**(22) Date of filing: **13.04.99**(30) Priority: **14.04.98 JP 10102662**(71) Applicant: **NACHI FUJIKOSHI CORP**

(72) Inventor:
WAKA MASAOMI
MONNO TORU
HARAI SATORU
OKADA TETSUYA
IMAI NAOAKI

(54) **VACUUM CARBURIZATION METHOD AND
 APPARATUS THEREFOR**

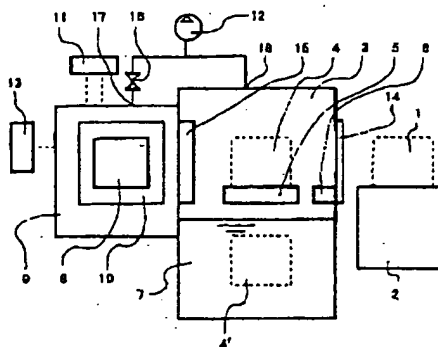
carburization chamber.

COPYRIGHT: (C)2000,JPO

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an inexpensive vacuum carburization treatment method which solves the trouble by the excess of a surface carbon concn. including corner parts, allows the treatment under broad carburization pressures and obviates the generation of soot and an apparatus therefor.

SOLUTION: Gaseous ethylene or a gaseous mixture composed of the gaseous ethylene and gaseous acetylene is used as a carburizing gas. The supply rate of this carburizing gas is periodically or impulsively changed from a high flow rate level to a low flow rate level and further to the high flow rate level. The pressure of a carburization chamber 10 at the time of the high level is regulated to a range of 1 to 10 kPa, the flow rate level ratio of the low flow rate level to the high flow rate level to 0 to 50% and the time ratio to 50 to 3,000%. Further, the regulation of the pressure in the carburization chamber is executed by regulating a valve or movable orifice mechanism 16 disposed between an evacuation device 12 and a discharge port 17 of the



1. The present invention relates to a method of determining the relative amounts of the components of a mixture, and more particularly to a method of determining the relative amounts of the components of a mixture by means of a spectrophotometer.

2. The method of the present invention is particularly adapted for the determination of the relative amounts of the components of a mixture by means of a spectrophotometer.

3. The method of the present invention is particularly adapted for the determination of the relative amounts of the components of a mixture by means of a spectrophotometer.

4. The method of the present invention is particularly adapted for the determination of the relative amounts of the components of a mixture by means of a spectrophotometer.

5. The method of the present invention is particularly adapted for the determination of the relative amounts of the components of a mixture by means of a spectrophotometer.

6. The method of the present invention is particularly adapted for the determination of the relative amounts of the components of a mixture by means of a spectrophotometer.



7. The method of the present invention is particularly adapted for the determination of the relative amounts of the components of a mixture by means of a spectrophotometer.

8. The method of the present invention is particularly adapted for the determination of the relative amounts of the components of a mixture by means of a spectrophotometer.

9. The method of the present invention is particularly adapted for the determination of the relative amounts of the components of a mixture by means of a spectrophotometer.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

10. The method of the present invention is particularly adapted for the determination of the relative amounts of the components of a mixture by means of a spectrophotometer.

11. The method of the present invention is particularly adapted for the determination of the relative amounts of the components of a mixture by means of a spectrophotometer.

12. The method of the present invention is particularly adapted for the determination of the relative amounts of the components of a mixture by means of a spectrophotometer.

(11)特許出願公開番号

特開2000-1765

(P2000-1765A)

(43)公開日 平成12年1月7日(2000.1.7)

(51) Int.Cl.:

識別記号

FI

テマコード(参考)

C 2 3 C 8/22

C 2 3 C 8/22

審査請求 未請求 請求項の数6 OL (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平11-104855

(22) 出願日 平成11年4月13日(1999.4.13)

(31)優先權主張番号 特願平10-102662

(32)優先日 平成10年4月14日(1998.4.14)

(33)優先権主張国 日本 (J P)

(71)出題人 000005197

株式会社不二越

富山県富山市不二越本町一丁目1番1号

(72) 發明者 和歌 正臣

富山県富山市不二越本町一丁目1番1号株

式会社不二越内

(72) 發明者 門野 徹

富山県富山市不二越本町一丁目1番1号株

式会社不二越内

(74) 代理人 100077997

弁理士 河内 潤二

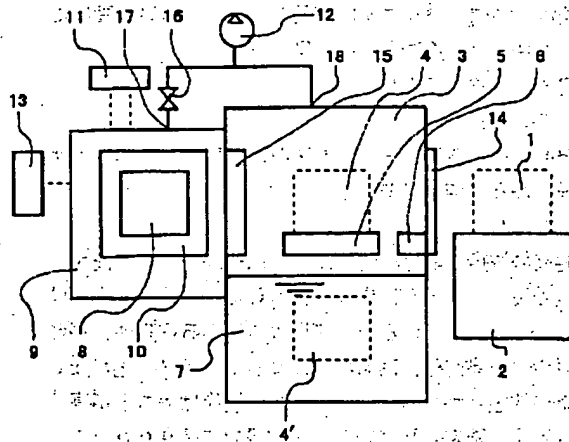
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 真空浸炭方法及び装置

(57) 【要約】

【課題】 コーナ一部も含めた表面炭素濃度過多による不具合を解決し、かつ幅広い浸炭圧力での処理が可能で、煤の発生も無い安価な真空浸炭処理方法、装置を提供。

【解決手段】 浸炭ガスとしてエチレンガス又はエチレンガスとアセチレンガスとの混合ガスを用い、浸炭ガスの供給量を高流量レベルから低流量レベルさらに高流量レベルと周期的又はパルス状に変化させ、かつ高流量レベル時の浸炭室10の圧力を1~10kPaの範囲にし、高流量レベルに対する低流量レベルの流量レベル比を0~50%、時間比を50~3,000%とし、さらに浸炭室内の圧力の調整を、真空排気装置12と浸炭室の排気口17間に設けられたバルブ又は可動オリフィス機構16を調整することにより行う。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 真空浸炭処理において、浸炭ガスとしてエチレンガス又はエチレンガスとアセチレンガスの混合ガスを用い、該浸炭ガスの供給量を少なくとも一度高流量レベルから低流量レベルへ、さらに高流量レベルから低流量レベルへと、繰り返して変化させ、かつ前記浸炭ガスの高流量レベル時の浸炭室の圧力が1～1.0 kPaの範囲にされていることを特徴とする真空浸炭方法。

【請求項2】 前記浸炭ガスの流量変化は周期的に変化するようにされていることを特徴とする請求項1記載の真空浸炭方法

【請求項3】 前記浸炭ガスの流量変化はパルス状であることことを特徴とする請求項1又は2記載の真空浸炭方法

【請求項4】 前記浸炭室へ浸炭ガスの高流量レベルに対する低流量レベルの流量レベル比が0～50%であり、かつ高流量レベルに対する低流量レベルの時間比が50～3,000%であることを特徴とする請求項1又は2又は3に記載の真空浸炭方法。

【請求項5】 浸炭室内の圧力の調整を、真空排気装置と浸炭室の排気口間に設けられたバルブ又は可動オリフィス機構を調整することにより行うことを特徴とする請求項1乃至4のいずれかに記載の真空浸炭方法。

【請求項6】 加熱装置を具備した浸炭室と、該浸炭室内を排気する真空排気装置と、該浸炭室内へ浸炭ガスを供給する装置と、焼入れ用油槽を備えた冷却室とを有する真空浸炭装置において、浸炭ガス供給量を少なくとも一度高流量レベルから低流量レベルさらに高流量レベルから低流量レベルに変化させる制御系を設け、かつ浸炭室内の圧力を調節するために、浸炭室の排気口と真空排気装置との間にバルブ又は可動オリフィス機構を設けたことを特徴とする真空浸炭装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は鉄鋼材料の真空浸炭処理方法及び装置に関する。

【0002】

【従来の技術】鉄鋼材料の浸炭には従来からガス浸炭、真空浸炭、プラズマ浸炭等が行われている。ガス浸炭は現状広く行われているが、可燃ガスによる危険性、処理品表面の粒界酸化、高温浸炭による短サイクル化が難しい等の問題点がある。またプラズマ浸炭はコストが高く特殊浸炭に限定されている。真空浸炭では900～1100℃で浸炭ガスとして飽和炭化水素（メタンガス、プロパンガス、ブタン）を用いて10～70 kPaの圧力で処理する方法がある。

【0003】さらに、アセチレンを用いた浸炭処理方法として、特開平8-325701号公報では、真空浸炭処理室の圧力を1 kPa以下とし、一定時間アセチレンガスを流し、その後ガスを一定時間停止し処理品内部へ炭素を拡

散させている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】かかる真空浸炭の場合にはガス浸炭と比較すると炉内の炭素濃度が高くなるため、温度が同じでも、内部との炭素濃度勾配が大きくなるため浸炭時間を短縮することができるという利点を有する。しかし、真空浸炭においては、表面、特に、コーナ一部表面は平面部と比べ内部へ炭素が拡散する面積が少ないため、炭素濃度が高くなり残留オーステナイトが多くなり、又は網状の炭化物が生成されやすくなるという問題があった。この残留オーステナイトが多すぎたり、網状の炭化物が生成されると浸炭製品の品質を大きく低下させるという問題があった。又、アセチレンでは1 kPa、エチレンでは10 kPaをそれぞれ超えると煤が発生し、制御範囲が狭いという問題があった。

【0005】本発明の目的はかかる問題点に鑑みて、真空浸炭処理方法において、コーナ一部も含めた表面炭素濃度過多による不具合を解決し、かつ幅広い浸炭圧力での処理が可能で煤の発生も無く安価に浸炭する方法及び装置を提供することである。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明においては、真空浸炭処理において、浸炭ガスとしてエチレンガス又はエチレンガスとアセチレンガスの混合ガスを用い、該浸炭ガスの供給量を少なくとも一度高流量レベルから低流量レベルへ、さらに高流量レベルから低流量レベルへと、繰り返して変化させ、かつ前記浸炭ガスの高流量レベル時の浸炭室の圧力が1～1.0 kPaの範囲にされていることを特徴とする真空浸炭方法を提供することにより上記課題を解決した。

【0007】浸炭ガスにエチレンガス又はエチレンガスとアセチレンガスの混合ガスを用いて真空浸炭を行う事により、エチレンやアセチレンは鋼表面で効率的に分解して、浸炭源の炭素を供給する。浸炭室の圧力を1～1.0 kPaの範囲にして、浸炭期に規定のガス量を規定時間流し炭素を表面に浸透させ、拡散期では浸炭ガスを規定時間停止又は減少させて、炭素を内部へ拡散することを繰り返すパルス浸炭を行うことにより、特にコーナ部の炭素の高濃度化による網状の炭化物の生成を抑制することができる。

【0008】これは浸炭ガス供給を低レベルに保っている間は、炭素源の供給が抑制されるとともに、表層の炭素は熱拡散によりワークの内部へ拡散する。浸炭ガスの供給を高いレベルに戻すことにより再び活発な浸炭が繰り返される。このように浸炭ガスの供給量を高レベルと低レベルの間で変化させこれを繰り返すことにより、表層部の炭素の拡散が進行しやすくなるので、表面異常層のない浸炭処理ができるのである。また、細い穴部等の浸炭ガスの流れがよくなるので、狭い空間部の浸炭も均一になる。

【0009】本浸炭処理方法では浸炭源を過剰に供給しないので、浸炭ガスの消費量が抑制できるとともに、浸炭室内の煤の発生を抑えることができ、浸炭室の圧力が従来より広い範囲である1~10kPaとした。なお、本方法においては、1kPa以下では浸炭が不十分となり、10kPa超では煤の発生が大きくなる。

【0010】浸炭ガスの流量変化は高流量、低流量、高流量、低流量としたが、浸炭状況によりこれを繰り返すのが効果的である。そこで、請求項2においては、浸炭ガスの流量変化を周期的に変化するようにした。

【0011】また、請求項3のように、浸炭ガスの流量変化はパルス状が制御しやすい。

【0012】供給ガスの流量変化が少ないと、又、低流量時の時間が短すぎると低流量時の炭素の内部への拡散が促進されない。そこで請求項4においては、浸炭ガスの高流量レベルに対する低流量レベルの流量レベル比を0~50%とし、かつ高流量レベルに対する低流量レベルの時間比を50~3,000%とするのがよい。

【0013】コーナ部形状や必要な表面組織により、適正な周期やパルス条件（流量と時間）必要である。このためには、浸炭ガスの供給量及び浸炭室内の圧力の制御が重要である。浸炭室内の圧力の制御は、浸炭ガスの供給量の変化に対するより、排出側の排出ガス量を制御する方が変化が大きい。そこで、請求項5においては、浸炭室内の圧力の調整を、真空排気装置と浸炭室の排気口との間に設けられたバルブ又は可動オリフィス機構を調整することにより行うこととした。なお、排気側で流量を制御することにより、入口側制御に比べ、浸炭ガス流量を少なくすることができる。

【0014】かかる真空浸炭方法の実施にあたっては、請求項6のように、加熱装置を具備した浸炭室と、該浸炭室内を排気する真空排気装置と、該浸炭室内へ浸炭ガスを供給する装置と、焼入れ用油槽を備えた冷却室とを有する真空浸炭装置において、浸炭ガス供給量を少なくとも一度高流量レベルから低流量レベルさらに高流量レベルから低流量レベルに変化させる制御系を設け、かつ浸炭室内の圧力を調節するために、浸炭室の排気口と真空排気装置との間にバルブ又は可動オリフィス機構を設けた真空浸炭装置により行うことができる。

【0015】

【発明の実施の形態】本発明の実施の形態について図面を参照して説明する。図1は本発明の実施の形態を示す真空浸炭装置の全体概要図である。図1に示すように、本真空浸炭炉は加熱装置を具備した浸炭室10と、該浸炭室に接続された冷却室3と、製品出入用の搬送装置2から構成されている。

【0016】浸炭室10には、ワーク8を高温加熱するための図示しない発熱体に取り付けられ、かつ保温のための断熱箱9が取り付けられている。また、エチレンガス又はエチレンガスとアセチレンガスの混合ガスを図示

しない供給口から浸炭室10内へ供給するようにされており、この浸炭ガス供給量を制御するガス供給盤11と発熱体を制御する温度制御装置13が備えられている。これらの構成は従来の真空浸炭装置とほぼ同様であり、さらに、従来のものでは浸炭室の排気口17が真空排気装置12に接続されている。しかし、本装置においては、特に浸炭室の排気口17と真空排気装置12の間に浸炭室内の圧力を調整するためのバルブ16が接続されている。このバルブ16は真空排気装置12と排気口17の間にある、図示しない主排気バルブと直列に取付けた例であるが、並列に取付けてもよい。さらに真空排気装置12と冷却室3の排気口18の間にも、図示しない排気バルブが取付けられている。又、真空排気装置12は、冷却室3と浸炭室10にそれぞれ設けてもよい。

【0017】浸炭室10に接続された冷却室3は、焼き入れ油槽7と、焼き入れエレベーター5及び炉内搬送装置6、によって構成され、浸炭室とは中扉15により開閉可能にされている。さらに、冷却室3は前扉14によって開閉可能にされている。扉14、15はそれぞれの室を密閉できるようにされている。また、冷却室3の排気口18が真空排気装置12とバルブ16との間に接続されている。冷却室3の前扉14の前にワークを出し入れをするための搬送テーブル2が配置されている。なお、符号1、4、4' 8はそれぞれの装置でのワークを示す。

【0018】次に本発明の浸炭方法について説明する。図1の本発明の装置を用いて以下の処理を順次行う。

(1) まず真空排気装置12によりバルブ16をほぼ全開とし、さらに図示しない浸炭室10の排気バルブ、及び冷却室3の排気バルブ、を開いた状態、即ち浸炭室10と冷却室3を連通させた状態で、浸炭室10と冷却室3を0.05kPa以下まで真空排気する。

(2) 所定の圧力に達した後、浸炭室10を排気しながら浸炭温度まで昇温する。

(3) 冷却室3の前扉14を開放して、ワーク1を搬送テーブル2によって焼き入れエレベータ5上にワーク4を搬入し、前扉14を閉める。

(4) 冷却室3を真空排気装置12により0.05kPa以下まで真空排気する。

(5) 所定の圧力に達した後、中扉15を開放して、処理品4を冷却室3から浸炭室10内に搬送し、中扉を閉める。

(6) 浸炭室10を真空加熱しワーク4を所定温度（850~1100℃）に加熱、均熱する。

(7) その後ガス供給盤11により浸炭ガスを浸炭ガス供給口から浸炭室10内に供給する。さらにバルブ16を調整することにより浸炭ガスが高流量レベル時の浸炭室内の圧力が1~10kPaの範囲の所定圧力になるように調整する。

【0019】浸炭期においては浸炭ガスを所定の流量

(高流量レベル)で流し、拡散期において浸炭ガスを停止又は減少(低流量レベル)させ、これを繰り返す。高流量レベルに対する低流量レベルの流量レベル比を0~50%とされる。これを事前に設定された時間(拡散/浸炭の時間比50~3, 000%)により高温保持中の間、周期的に繰り返す。

(8) かかるパルス状の浸炭(以下パルス浸炭という)が終了し高温保持時間終了後、焼き入れ温度まで浸炭室を降温し、必要に応じさらに均熱加熱する。

【0020】なお、浸炭室内の圧力は浸炭ガスの量により変化するが、真空排気装置の能力は浸炭ガスの供給量に比べ十分大きいので、バルブ16により所定の圧力で制御される。浸炭ガスの高流量レベル時に1~10kPaの範囲で調整し、低流量レベル時はそれ以下の圧力でよいので、バルブ調整は低流量レベル時も調整してもよいが、高流量レベル時に合わせて調整しておけばよい。流量レベル比が0の場合、低流量レベル時は例えば0.05kPa以下となる。

【0021】(9) 浸炭室10の温度が焼き入れ温度まで低下した後、中扉15を開放し、内部搬送装置6によってワーク4を冷却室3に移動し、エレベーター5の上に搬出した後、中扉15を閉め、エレベーター5を下降させ、油槽7の油中にワーク4'を浸して焼き入れ処理する。このとき窒素ガスを大気圧未満まで導入する。

(10) 油中で所定の時間保持した後エレベーター5を上昇させ、油切りする。

(11) 冷却室3を大気圧にする。

(12) 前扉14を開放して、ワーク4を炉外の搬送テーブル2に搬出した後、前扉14を閉じ、そして

(13) 冷却室3を真空排気装置12により0.05kPa以下まで真空排気することにより、1サイクルの真空浸炭処理が完了する。

【0022】

【実施例】(実施例1)次に図1に示す本装置を用いた真空浸炭の実施例を説明する。実施例1では浸炭ガスにエチレンガスをを用いた。材質がSCM415、外径20mm長さ10mmの丸棒の処理品を浸炭室に搬送し、浸炭室内の温度を930℃に加熱した後、エチレンガスを流量1Lit/minで1分間供給して、浸炭室内圧力1.3kPaになるように排気バルブ調整しながら浸炭し、その後4分間エチレンガスを停止して拡散し、また、浸炭室内圧力1.3kPaでエチレンガスを1分間供給し、その後4分間エチレンガスを停止する。これを1時間(計12回)繰り返すパルス浸炭をした後、焼き入れ温度である850度迄冷却し、この温度で30分保持した後、冷却室に移送し油冷した。

【0023】かかる真空浸炭処理を行った処理品の炭素分析をしたところ、表面の炭素濃度は0.81%、炭素濃度が0.3%になる表面からの距離は0.55mmとなり適正な値であった。またコーナー部の組織には網状

の炭化物は見られず、残留オーステナイトも正常であり、煤の発生も無かった。

【0024】(実施例2)次に、浸炭ガスにエチレンガス70%とアセチレンガス30%との混合ガスをを用いた本発明の実施例2について説明する。実施例2では、図1に示す本装置を使用し、材質がSCM415、外径20mm長さ10mmの丸棒の処理品を浸炭室に搬送し、浸炭室内の温度を930℃に加熱した後、浸炭室内圧力2.6kPaになるように排気バルブ調整しながら、エチレンガス70%とアセチレンガス30%との混合ガスを流量1Lit/minで1分間供給して浸炭し、その後、浸炭室内圧力0.13kPaになるように排気バルブ調整しながら、混合ガスを流量0.1Lit/minに減じて5分間流し拡散しこれを1時間(10回)繰り返すパルス浸炭をした後、焼き入れ温度850度迄冷却し、この温度で30分保持した後、冷却室に移送し油冷した。

【0025】かかる処理品の炭素分析をしたところ、表面の炭素濃度は0.84%、炭素濃度が0.3%になる表面からの距離は0.58mmと適正な値であった。またコーナー部の組織には網状の炭化物は見られず、残留オーステナイトも正常であり、煤の発生が無かった。

【0026】

【発明の効果】本発明の方法によれば、エチレンガス又はエチレンガスとアセチレンガスの混合ガスの供給量を少なくとも一度高流量レベルから低流量レベルさらに高流量レベルと繰り返し変化させたパルス浸炭としたので、表面異常層のない浸炭処理ができ、狭い空間部の浸炭も均一になる。特にコーナー部も含めた表面炭素濃度過多による不具合がない。また、浸炭ガスの高流量レベル時の浸炭室の圧力を0.1~10kPaの範囲にしたので、煤の発生も無く安価に浸炭する方法を提供するものとなった。

【0027】また、パルス浸炭により、浸炭源を過剰に供給せず、浸炭ガスの消費量を抑制できるので、トータルのランニングコストを下げるができる新たな真空浸炭装置を提供でき、産業上非常に有益である。

【0028】また、浸炭ガスの流量変化を周期的に変化するようにしたので、より浸炭が均一なものとなった。

【0029】また、浸炭ガスの流量変化をパルス状の制御としたので、制御がしやすく従来の真空浸炭装置を簡単に本装置に改造できる。

【0030】また、高流量レベルと低流量レベルの流量レベル比を0~50%とし、かつ高流量レベルに対する低流量レベルの時間比を50~3, 000%とすることにより、より確実に浸炭ができるものとなった。浸炭室内の圧力の調整を、バルブ又は可動オリフィス機構を調整することにより排気側で流量を制御するので、制御が簡単で、浸炭ガス流量も少なくすることができ、さらなるコストが低減できる。

【0031】加熱装置を具備した浸炭室と、浸炭室内を排気する真空排気装置と、浸炭室内へ浸炭ガスを供給する装置と、焼入れ用油槽を備えた冷却室とを有する従来の真空浸炭装置に加えて、浸炭ガス供給量を少なくとも一度高流量レベルから低流量レベルさらに高流量レベルに変化させる制御系と、浸炭室内の圧力を調節するために、浸炭室の排気口と真空排気装置との間にバルブ又は可動オリフィス機構を設けることにより、パルス浸炭を実施でき、上記表面異常層のない、均一で表面炭素濃度過多による不具合がない煤の発生のない、コストを下げた真空浸炭装置を提供するものとなった。

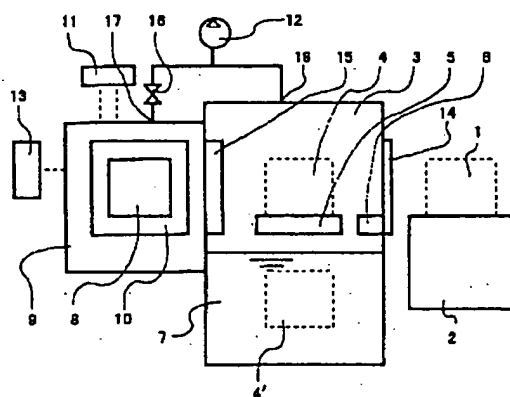
【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施の形態を示す真空浸炭装置の全体概要図である。

【符号の説明】

3	冷却室	7	(焼き入れ用) 油槽
10	浸炭室	11	供給する装置
	(ガス供給盤)		
12	真空排気装置	16	調整バルブ (バルブ又は可動オリフィス機構)
		17	排気口

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 原井 哲
富山県富山市不二越本町一丁目1番1号株式会社不二越内

(72)発明者 岡田 徹也
富山県富山市不二越本町一丁目1番1号株式会社不二越内
(72)発明者 今井 直明
富山県富山市北代村巻10番

THIS PAGE BLANK (USPTO)

OFFICE OF THE COMMISSIONER OF PATENTS AND TRADEMARKS

WASHINGTON, D.C. 20590

UNITED STATES DEPARTMENT OF COMMERCE

Patent and Trademark Office

Patent Division

Trademark Division

Patent Division

Patent Division